

## Process for producing dust-free membrane filters from conventional cellulose derivatives

Patent Number: DE3708946

Publication date: 1988-10-27

Inventor(s):

Applicant(s):

Requested Patent: ☐ DE3708946

Application Number: DE19873708946 19870319

Priority Number(s): DE19873708946 19870319

IPC Classification:

EC Classification: B01D71/12, G01N27/447B5

Equivalents:

---

### Abstract

The invention relates to a process for producing dust-free membrane filters from cellulose derivatives, in particular cellulose acetates and cellulose nitrates, the membrane filter raw materials being dissolved in a solvent and the resulting solution being treated with a mixture of solvent and non-solvent such that only the membrane filter-forming cellulose derivatives are precipitated out which are then separated off and processed in a manner known per se for the membrane filter production. It is possible by this method to produce dust-free cellulose derivative membrane filters which are suitable in particular for serum protein electrophoresis.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Patentschrift  
⑪ DE 37 08 946 C 1

⑳ Aktenzeichen: P 37 08 946.3-44  
㉑ Anmeldetag: 19. 3. 87  
㉒ Offenlegungstag: —  
㉓ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 27. 10. 88

⑤1 Int. Cl. 4:

**B01 D 13/04**

// B01D 13/02,57/02  
(C08J 5/18,  
C08L 1:08)C08B 3/06,  
5/02,G01N 33/483

Behördeneigenthum

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦3 Patentinhaber:

Sartorius GmbH, 3400 Göttingen, DE

⑦4 Vertreter:

Deufel, P., Dipl.-Chem.Dipl.-Wirtsch.-Ing.Dr.rer.nat;  
Schön, A., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Hertel, W.,  
Dipl.-Phys.; Lewald, D., Dipl.-Ing.; Otto, D., Dipl.-Ing.  
Dr.-Ing., Pat.-Anwälte, 8000 München

⑦2 Erfinder:

Perl, Horst, Dipl.-Chem. Dr., 3400 Göttingen, DE

⑤6 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:

NICHTS-ERMITTELT

⑤4 Verfahren zur Herstellung von staubfreien Membranfiltern aus üblichen Zellulosederivaten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von staubfreien Membranfiltern aus Zellulosederivaten, insbesondere Zelluloseacetaten und Zellulosenitraten, wobei die Membranfilterrohstoffe in einem Löser aufgelöst werden und die erhaltene Lösung mit einer solchen Mischung aus Löser und Nichtlöser behandelt wird, daß nur die membranfilterbildenden Zellulosederivate ausgefällt werden, die dann abgetrennt und in an sich bekannter Weise zur Membranfilterherstellung verarbeitet werden.

Nach diesem Verfahren ist es möglich, staubfreie Zellulose-derivatmembranfilter herzustellen, die sich insbesondere für die Serumweißelektrophorese eignen.

DE 37 08 946 C 1

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von staubfreien Membranfiltern aus üblichen Zellulosederivaten, dadurch gekennzeichnet, daß die Membranfilterrohstoffe in einem üblichen Löser aufgelöst werden und die erhaltene Lösung mit einer solchen Mischung aus einem üblichen Löser und einem üblichen Nichtlöser behandelt werden, daß nur die Membranfilter bildenden Zellulosematerialkomponenten ausgefällt werden, die abgetrennt und in an sich bekannter Weise zur Membranfilterherstellung verarbeitet werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Membranfilterrohstoffe Zelluloseacetat oder Zellulosenitrate verwendet werden.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Löser Aceton und/oder Methylenchlorid und als Nichtlöser Methanol, Ethanol, Butanol, Glycole insbesondere Ethylenglycol und Butylenglycol, Glycerin und/oder Wasser verwendet werden.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mischung aus Löser und Nichtlöser in einem Verhältnis 15—25 : 85—75 Vol.-%, insbesondere 25 : 75 Vol.-%, verwendet wird.

## Beschreibung

Bei der Herstellung von Membranfiltern aus Zellulosederivaten, insbesondere Zelluloseacetaten und Zellulosenitraten, wird immer wieder festgestellt, daß wechselnde Mengen von nichtmembranbildenden bzw. filmbildenden Substanzen auftreten, die den sogenannten Filterstaub auf den fertigen Membranen bilden, der aufwendig auf mechanische Weise entfernt werden muß, da er bei der Anwendung des Filters stört bzw. die Filterfunktion verhindert. Eine quantitative Entfernung dieses Filterstaubs ist bei einer großtechnischen Herstellung fast unmöglich.

Die Erfindung hat sich daher die Aufgabe gestellt, ein Verfahren zur Herstellung von staubfreien Membranfiltern aus Zellulosederivaten zu schaffen.

Diese Aufgabe wird durch das Verfahren des Patentanspruchs 1 gelöst.

Der Erfindung liegen folgende Erkenntnisse zugrunde:

1. Die Kettenlängenverteilung der als Membranfilterrohstoffe eingesetzten Zellulosederivatmoleküle erstreckt sich über einen weiten Bereich von hochpolymer bis oligomer.
2. Mit abnehmender Kettenlänge ändert sich das Löslichkeitsverhalten des Zellulosederivats in einem vorgegebenen Lösungsmittelgemisch aus Lösern und Nichtlösern derart, daß zum Auflösen der Anteil des Löser im Verhältnis zum Nichtlöser immer geringer werden kann.
3. Die Fähigkeit zur Membranbildung (Filmbildung) nimmt mit abnehmender Kettenlänge ab, dementsprechend resultiert daraus eine Zunahme der Staubbildung aus Zellulosederivaten, deren Kettenlänge für eine Membranbildung nicht ausreicht.
4. Der Veresterungsgrad der Zellulosederivate erstreckt sich über einen Bereich, der zwischen beispielsweise 2 und 3 liegt. Mit abnehmendem Ver-

esterungsgrad ändert sich das Löslichkeitsverhalten des Zellulosederivats in einem vorgegebenen Lösungsmittelgemisch aus Lösern und Nichtlösern derart, das zum Auflösen der Anteil des Löser im Verhältnis zum Nichtlöser immer geringer werden kann.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es nunmehr möglich, vor der Membranherstellung aus üblichen Zellulosederivatrohstoffen auf einfache und wirksame Weise diejenigen Komponenten abzutrennen, deren Kettenlänge bzw. Veresterungsgrad nicht für eine Membranfilterbildung geeignet ist. Diese für die Membranfilterbildung nicht geeigneten Komponenten bleiben bei der erfindungsgemäßen Behandlung in Lösung, während die membranfilterbildenden Zellulosederivate ausgefällt werden. Diese bestehen dann weitgehend aus Derivaten mit solchen Kettenlängen und Veresterungsgraden, die für die Membranfilterbildung geeignet sind. Sie werden dann in an sich bekannter Weise für die Membranfilterherstellung eingesetzt, beispielsweise durch Auflösen in einem Gemisch aus üblichen Lösern und Nichtlösern, wobei der Löser flüchtiger ist als der Nichtlöser, und Aufbringen auf eine ebene Unterlage. Dabei verdunstet der Löser rascher als der Nichtlöser und bei einem bestimmten Mischungsverhältnis zwischen Löser und Nichtlöser ist das Lösungsvermögen für das Zellulosederivat erschöpft, welches dann in fester Form unter Ausbildung eines Membranfilters ausfällt.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich, staubfreie Membranfilter üblichen Zellulosederivaten herzustellen. Diese staubfreien Filter eignen sich besonders gut für die Serumweißelektrophorese. Im Falle von noch Staubteilchen enthaltenden Filtern waren bisher durch eine spezielle Nachbehandlung zu eliminierende Fehler, wie Endomose, Verbreiterung der  $\gamma$ -Globulinfraktion, zu hohe  $\gamma$ -Globulinwerte, zu niedrige Albuminwerte etc. zu beseitigen.

Es wurde ferner festgestellt, daß durch das erfindungsgemäße Verfahren nicht nur staubbildende Substanzen aus den eingesetzten Zellulosederivatrohstoffen, die als Abkömmlinge von Naturstoffen wechselnde Kettenlängen und Veresterungsgrade besitzen, abgetrennt werden können, sondern auch andere störende Substanzen entfernt werden können, die sich als Fettsäuren aus Baumwolle identifizieren ließen und, obwohl sie nur in geringen Mengen von weniger als 1% vorliegen, sich beim Trocknen des Filters ganz zum Schluß auf der Oberfläche der Zelluloseacetatmatrix ablagern und dort eine Art Imprägnierung darstellen.

Als Membranfilterrohstoffe werden bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens insbesondere Zelluloseacetate und/oder Zellulosenitrate verwendet.

Als übliche Löser werden vorzugsweise Aceton und Methylenchlorid, insbesondere Methylenchlorid, sowie als übliche Nichtlöser Methanol, Ethanol, Butanol, Glycole, insbesondere Ethylenglycol und Butylenglycol, Glycerin oder Wasser verwendet, wobei Ethanol und/oder Wasser besonders bevorzugt werden.

Das jeweilige Mischungsverhältnis aus Löser und Nichtlöser hängt von den als Löser und Nichtlöser eingesetzten Substanzen, den zu reinigenden Zellulosederivatrohstoffen, der Behandlungszeit, -temperatur sowie von der Konzentration der Rohstoffe in dem Löser ab und läßt sich durch einfache Vorversuche ermitteln.

Im allgemeinen wird bei Zimmertemperatur gearbeitet.

tet und eine Mischung aus Löser und Nichtlöser in einem Verhältnis 15—25 : 85—75 Vol.-% und insbesondere 25 : 75 Vol.-% verwendet.

Im einzelnen kann das erfindungsgemäße Verfahren wie folgt durchgeführt werden:

Unter Einsatz eines Zelluloseacetats mit einem Acetylgehalt von 37 bis 40% wird ein Lösungsmittelgemisch aus beispielsweise Methylenchlorid als Löser und Ethanol und Wasser als Nichtlöser verwendet. Ein derartiges Zelluloseacetat fällt aus einer Lösung von 6 g Zelluloseacetat (Bayer L1000), 47,5 ml Methylenchlorid, 47,5 ml Ethanol und 5,0 ml Wasser aus, wenn der Methylenchloridgehalt unter 25% des Methylenchloridanteils im Gemisch mit Wasser und Ethanol sinkt. Bis zu einem Gehalt von etwa 15 Vol.-% Methylenchlorid fällt noch filmbildendes Zelluloseacetat an und erst darunter in merklichen Mengen die staubbildenden Anteile. Als Waschlösung kann man als Standard eine Mischung aus 15 Vol.-% Methylen, 15 Vol.-% Wasser und 70 Vol.-% Ethanol verwenden, wobei jedoch auch mit reinem Alkohol und mit reinem Wasser bzw. beliebigen Gemischen aus beiden Extrakte erhalten werden können. Dabei werden bis zu 35% lösliche Anteile gefunden. Membranfilter, die aus diesen auf diese Weise gereinigten Zelluloseacetaten in der weiter oben beschriebenen Weise hergestellt werden, weisen keinen Filterstaub mehr auf.

#### Beispiel

Es werden 10 g Zelluloseacetat in ein Becherglas eingewogen und unter Rühren in 120 ml Ethanol und 10 ml Wasser bei Zimmertemperatur aufgeschlämmt. Nachdem eine homogene Mischung erhalten worden ist, werden 70 ml Methylenchlorid zum Lösen zugesetzt. Dann wird mit einer Lösung aus 210 ml Ethanol plus 60 ml Wasser gefällt. Die gefällte Lösung wird zentrifugiert, ca. 100 ml der Lösung (obere Fraktion) werden abgenommen und bei 105°C zur Rückstandsbestimmung eingedampft. Das Zelluloseacetat im Zentrifugenglas wird mit einer Waschflüssigkeit aus 15 ml Methylenchlorid, 15 ml Wasser und 70 ml Ethanol gewaschen und kann dann, gegebenenfalls bei einem Trocknen zur Membranfilterherstellung unter Gewinnung staubfreier Membranfilter eingesetzt werden.

50

55

60

65